

Searching PAJ

1/1 ページ

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-022732

(43)Date of publication of application : 26.01.1999

(51)Int.Cl.

F16C 33/12

G23C 18/12

F16C 33/62

(21)Application number : 09-193887

(71)Applicant : NIPPON SEIKO KK

(22)Date of filing : 04.07.1997

(72)Inventor : KONNO MASARU  
YATANI KOICHI

## (54) ROLLING AND SLIDING MEMBER

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To improve seizure resistance, galling resistance and peeling resistance by forming a compound reaction layer consisting of at least one of V, Nb, Ta, N, P and the like with a prescribed metal component on a metal surface so that the layer is amorphous, and specifying the thickness.

**SOLUTION:** When an amorphous compound reaction layer 2 with a thickness of 0.2-2.5  $\mu$ m is formed on the surface of a metal bed 1 by chemically reacting phosphor with a prescribed metal element mainly composed of iron, 1-20 wt.% of an aqueous solution of inorganic phosphoric acid is regulated so as to have a hydrogen ion index pH of 3.5-5.0 by use of acid and alkali to form a reaction solution, the metal bed 1 is dipped therein at a temperature of 40-90° C for 3-30 minutes and chemically reacted. Then, the phosphor is adsorbed to the metal surface to form the reaction layer 2. As the element for forming the reaction layer 2, elements belonging to the groups 5 or 6 of the periodic table such as V, Nb, Ta, N, As, Sb, Bi, Cr, Mo, W, S, Se, Te, Po and the like can be used without being limited to phosphor. According to the above, satisfactory seizure resistance, galling resistance and peeling resistance can be provided.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-22732

(43) 公開日 平成11年(1999) 1月28日

(51) Int.Cl.

識別記号

F I

F 1 6 C 33/12

F 1 6 C 33/12

Z

C 2 3 C 18/12

C 2 3 C 18/12

F 1 6 C 33/62

F 1 6 C 33/62

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願平9-193387

(22) 出願日

平成9年(1997) 7月4日

(71) 出願人 000004204

日本精工株式会社

東京都品川区大崎1丁目6番3号

(72) 発明者 金野 大

神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号

日本精工株式会社内

(72) 発明者 八谷 耕一

神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号

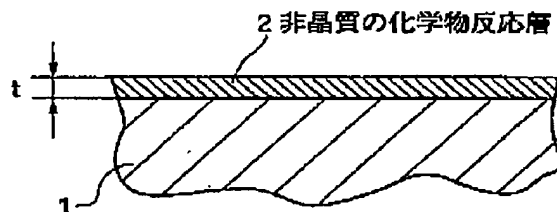
日本精工株式会社内

(74) 代理人 弁理士 渡部 敏彦

(54) 【発明の名称】 転・摺動部材

(57) 【要約】

【課題】 耐焼付き性、耐かじり性、耐剥離性に優れた高精度の転・摺動部材を提供する。

【解決手段】 リン(P)と鉄を主成分とする所定金属成分とを化学反応させてPを金属に吸着させてなる非晶質の化合物反応層2を表面に形成し、化合物反応層2の膜厚tを0.2~2.5  $\mu$ mに設定した。

(2)

特開平11-22732

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 V、Nb、Ta、N、P、As、Sb、Bi、Cr、Mo、W、S、Se、Te、及びPoから選択された少なくとも一種の元素と所定金属成分とが化学反応してなる化合物反応層を金属表面に形成し、前記化合物反応層が非晶質であって、かつ該化合物反応層の膜厚が0.2～2.5 μmに設定されていることを特徴とする転・摺動部材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は転・摺動部材に関し、より詳しくは金属素地（下地）に表面処理を施して耐焼付き性及耐摩耗性を向上させた転・摺動部材に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来より、転がり軸受等、転・摺動部材が搭載された機械部品においては、極圧剤を潤滑剤中に含有させ、該極圧剤と金属素地とを反応させて油膜を形成することにより金属表面同士が接触する境界潤滑条件下での耐摩耗性及耐焼付き性を向上させることが一般に行なわれている。

【0003】 上記極圧剤を含有した潤滑剤は、金属表面における接触面に油膜を形成する作用を有し、これにより前記接触面での摩擦力の低減や耐摩耗性の向上を図っているが、この油膜形成方法は、雰囲気温度等の外的要因を介して極圧剤と金属表面との間で化学反応を起こし、該化学反応により金属表面上に被膜を形成をしたものであり、このため前記外的要因を伴わない場合は油膜が形成されない。したがって、該油膜形成方法では、外的要因により化学反応が生じて金属表面に油膜が形成されるまでの間に金属表面同士が接触摩擦を起こし、その結果焼付きやかじりの生じる虞があるという欠点がある。

【0004】 そこで、かかる欠点を解消する手段として、予め、有機の金属リン化合物、金属イオウ化合物、金属塩素化合物の少なくとも一種からなる化合物反応層を金属表面に形成し、且つ該化合物反応層の膜厚を0.05～0.3 μmとすることにより、潤滑特性の向上を図るようにした転・摺動部材が提案されている（例えば、特開平2-256920号公報；以下「第1の従来技術」という）。

【0005】 また、他の従来技術としては、有機モリブデン化合物、有機亜鉛化合物及び鉱油（又は合成炭化水素油）からなる混合溶液を所定温度に加熱して加熱混合溶液とし、該加熱混合溶液に浸漬させて表面処理を施すことにより、軸受の潤滑特性を確保しようとしたものが提案されている（例えば、特公平8-23371号公報；以下「第2の従来技術」という）。

【0006】 さらに、その他の従来技術としては、リン酸マンガン塩化合物からなる化成処理液の成分を調整す

ることにより、油膜形成能力を向上させ、これにより早期焼付きやかじりが生じるのを防止する技術（例えば、特開平6-159371号公報；以下「第3の従来技術」という）や、特定の固体潤滑剤によって接触低減表面処理を施す際に、軸受部位の表面に予めリン酸塩被膜を形成することにより、かじりの発生を防止した技術が提案されている（例えば、特開平8-166021号公報；以下「第4の従来技術」という）。

## 【0007】

10 【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上記第1の従来技術においては、軸受の転動体のように表面粗さRaが0.01 μm以下の金属表面では良好な耐焼付き性を得ることができるものの、前記表面粗さRaが大きくなると化合物反応層による油膜形成の効果が低減し、所望の耐焼付き性を確保することができなくなるという問題点があった。

20 【0008】 すなわち、潤滑油やグリース等の潤滑剤は、粘性指数に表されるように、高温になると粘度や稠度が低下して化合物反応層による油膜の形成がなされにくくなり、転動体と軌道輪の接触面は境界潤滑状態となる。そして、金属表面の表面粗さRaが大きくなって前記化合物反応層の膜厚が該金属表面の表面粗さRaより小さくなると金属表面同士が直接接触する虞が生じ、耐焼付き性を確保することができなくなるという問題点があった。

30 【0009】 また、上記第2の従来技術は、二硫化モリブデンによりスパッタリングして蒸着するのに代えて金属表面上にモリブデン化合物を析出させ、これによりコストの節減化や生産性の向上を図ることを主目的としているため、金属表面上での付着力が弱く、したがってモリブデン化合物の金属表面からの剥離が生じやすく十分な耐焼付き性を確保することが困難であるという問題点があった。

40 【0010】 さらに、上記第3及び第4の従来技術は、生成される被膜が結晶質であるため、処理前の金属素地の表面に対し処理後の表面が粗くなって寸法精度が悪化し、また、これら第3及び第4の従来技術はいずれも化成処理により被膜を形成しているため、被膜の膜厚が4～10 μmと厚くなって加工精度も悪化する等の問題点があった。

【0011】 本発明はこのような問題点に鑑みなされたものであって、耐焼付き性、耐かじり性、耐剥離性に優れた高精度の転・摺動部材を提供することを目的とする。

## 【0012】

【課題を解決するための手段】 表面粗さRaの粗い金属表面に対し加工精度の悪化を招かない程度に化合物反応層の膜厚を厚くすることは、該化合物反応層により被覆されている金属素地同士が接触するのを回避することができると共に表面に形成される油膜の保持力を向上させ

(3)

特開平11-22732

3

4

るのに有効である。例えば、直径12.7mm(1/2インチ)の球体同士を接触させた状態で200kgf/mm<sup>2</sup>(=1.96GPa)の面圧を負荷した場合、弾性変形量は1.1μmであり、ヘルツの接触力から考えても化合物反応層の膜厚を厚くすることは金属素地同士の接触を回避することや油膜の保持力向上に寄与すると考えられる。

【0013】そこで、本願出願人は、金属表面の表面粗さRaが0.007μm以上の粗さを有する場合を対象として耐焼付き性に優れた転・摺動部材を得るべく鋭意研究した結果、リンやイオウ等の周期表5族及び周期表6族に属する化学物質を含有した非晶質の化合物反応層を金属素地の表面に形成し、且つ該化合物反応層の膜厚を0.2~2.5μmとすることにより、転・摺動部材の表面と潤滑剤との吸着性が増して耐焼付き性が向上するという知見を得た。

【0014】本発明は斯かる知見に基づきなされたものであって、本発明に斯かる転・摺動部材は、V、Nb、Ta、N、P、As、Sb、Bi、Cr、Mo、W、S、Se、Te、及びPoから選択された少なくとも一種の元素と所定金属成分とが化学反応してなる化合物反応層を金属表面に形成し、前記化合物反応層が非晶質であって、かつ該化合物反応層の膜厚が0.2~2.5μmに設定されていることを特徴としている。

【0015】上記構成によれば、転・摺動部材の表面と潤滑剤との吸着性が向上するので、金属素地の表面粗さRaが0.007μm以上と粗い場合であっても金属表面に対する油膜形成に悪影響を与えるのを防止することができる。また、PやS等と、Feなどの所定金属成分とを直接反応させて非晶質の化合物反応層を形成しているので、該化合物反応層が金属素地(下地)から剥離することがなく、また、処理後における被処理表面の表面粗さRaが悪化するのを回避することができる。さらに、化合物反応層の膜厚が0.2~2.5μmに設定されているので、表面粗さRaが比較的大きい場合であっても金属同士が接触するのを回避する一方で、加工精度に悪影響を及ぼすのも回避することができる。

【0016】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を説明する。

【0017】本発明の転・摺動部材は、例えばリンと、鉄を主成分とする所定金属元素とを化学反応させ、膜厚が0.2~2.5μmの非晶質からなる化合物反応層を金属素地(下地)の表面に形成している。

【0018】上記化合物反応層は以下のようにして形成される。

【0019】1~20wt%の無機リン酸水溶液を酸及びアルカリを使用して水素イオン指数pHが3.5~5.0となるように調整した反応液を作成し、温度40~90℃下、所定金属元素からなる金属下地を3~30

分程度浸漬し、前記所定金属元素とリンとを化学反応させる。そして、これによりリンが金属表面に吸着し、転・摺動部材の表面には非晶質の化合物反応層が形成される。

【0020】無機リン酸水溶液としては、リン酸アンモニウム溶液や、リン酸ナトリウム溶液やリン酸カリウム溶液等のアルカリ金属溶液、またはリン酸カルシウム溶液やリン酸バリウム溶液等のアルカリ土類金属溶液を使用することができる。

【0021】また、化合物反応層を形成する元素としてはリン(P)に限定されるものではなく、V、Nb、Ta、N、P、As、Sb、Bi、Cr、Mo、W、S、Se、Te、及びPo等周期表の5族又は6族に属する他の元素を使用することができる。

【0022】また、水素イオン指数pHを調整する酸としては、硝酸、フッ化水素酸、塩酸等を希釈した希釈溶液を使用することができ、またこれら希釈溶液と炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム等の弱アルカリ塩とを併用することができる。

【0023】このように上述した酸、アルカリを使用して水素イオン濃度指数pHが3.5~5.0の緩衝域の反応液を作成することができる。

【0024】しかして、本実施の形態においては、前記化合物反応層の膜厚は、以下に述べる理由により0.2~2.5μmとなるように形成されている。

【0025】化合物反応層の膜厚を厚くすることは上述したように耐焼付き性に寄与するものであり、表面粗さRaが0.007μm以上の場合に対処するためには少なくとも0.2μm以上の膜厚が必要である。一方、化合物反応層の膜厚が2.5μmを超えるとpH調整液により表面の腐食が進行し、化合物反応層形成後の表面粗さRaが粗くなったり或いは寸法変化が顕著になる。このため、化合物反応層の膜厚を0.2~2.5μm、好ましくは、0.3~2.5μmに限定した。

【0026】また、酸に溶解するCr、Cu、Ni等の金属イオンを反応液中に添加することにより、これら金属イオンとリンや酸素、或いは金属イオンとイオウや酸素との非晶質化合物反応層を形成することも可能であり、このように非晶質化合物反応層に金属イオンや酸素等を含有させることにより、優れた防錆力や更なる低摺動性を得ることができる。

【0027】尚、金属イオンの溶解濃度としては1~1000ppmが望ましく、好ましくは10~1000ppm、更に好ましくは100~500ppmが望ましい。

【0028】

【実施例】次に、本発明の実施例について具体的に説明する。

【0029】本願出願人は、まず、直径12.7mmの金属製球体を表面粗さRaが0.0001~1.0μm

(4)

特開平11-22732

5

6

の範囲内となるように研磨加工し、表面粗さ  $R_a$  の異なる多数の研磨加工品（金属下地）を作成した。

【0030】一方、3%リン酸アンモニウム水溶液を硝酸と無水炭酸カルシウムを使用して水素イオン濃度指数  $pH$  を4~4.5に調整して反応液を作成した。

【0031】次いで、予めアルカリ洗浄した前記研磨加工品を前記反応液に浸漬し、40~60℃の温度範囲で変化させながら研磨加工品と前記反応液とを化学反応させ、図1に示すように、研磨加工品1の金属表面にリン成分を吸着させてなる非晶質の化合物反応層2を形成し、該化合物反応層2の膜厚  $t$  が異なる多数の試験供試品を作成した。

【0032】次に、本願出願人は試験供試品における化合物反応層の膜厚をX線光電子分光分析機（XPS）及び電磁式膜厚計を使用して測定した。

【0033】X線光電子分光分析機は、試験供試品にX線を照射し、該試験供試品における膜厚が数オングストロームの最外表面から放出される光電子エネルギーを解析\*

〔4球ボール試験〕

試験供試品の直径 (mm) : 12.7

面圧 (GPa) : 2

滑り速度 (m/sec) : 3

潤滑油 : タービンオイル

(MILL 23699 (モービル (株) 製))

運転条件 : 油中、60秒回転した後、油を抜き取る。

【0038】判定基準は、耐久時間  $T$  が500secを超えるか否かで評価した。

【0039】図2は、耐久時間  $T$  が500secを維持できる場合の表面粗さ  $R_a$  と化合物反応層の膜厚  $t$  との関係を示した特性図である。

【0040】この図2から明らかなように、化合物反応層の膜厚  $t$  を0.2~2.5  $\mu m$  の範囲に設定した場合は転・摺動部材の表面粗さ  $R_a$  が0.007~1  $\mu m$  の範囲で良好な耐焼付き性を得ることができるのが判る。

【0041】すなわち、金属表面の表面粗さ  $R_a$  が0.007  $\mu m$  の場合を対象にしたときは、化合物反応層の膜厚  $t$  を0.2  $\mu m$  以下とすると耐久時間  $T$  が500sec以下となり、所望の耐焼付き性を得ることができない。

【0042】一方、〔発明の実施の形態〕で述べたように、膜厚が2.5  $\mu m$  を超えると金属腐食が生じるおそれがあるが、膜厚が2.5  $\mu m$  における表面粗さ  $R_a$  は1  $\mu m$  である。したがって、金属表面の表面粗さ  $R_a$  が0.007~1  $\mu m$  の場合を対象にしたときは、化合物反応層の膜厚  $t$  が0.2~2.5  $\mu m$  の範囲で吸着力の優れた非晶質の化合物反応層を得ることができ、優れた耐焼付き性、耐かじり性を得ることができる。

【0043】次に、本願出願人は、本発明の実施例として種々の表面粗さを有する研磨加工品1に対して膜厚  $t$  が1  $\mu m$  の非晶質化合物反応層2を有する転・摺動部材

\*して試験供試品の定性的及び定量的な元素情報及び結合状態を得、更にアルゴンイオン銃を使用して試験供試品の表面をスパッタリングしながら膜厚を測定するものであり、該X線光電子分光分析機を使用することにより膜厚が0.2  $\mu m$  以下の化合物反応層の深さ方向における分布状態を得た。

【0034】また、0.2  $\mu m$  以上の膜厚については電磁式膜厚計を使用して測定した。本実施例では、測定結果の精度を上げるために1個の試験供試品に対して10回測定し、その平均値を化合物反応層の膜厚とした。

【0035】次いで、本願出願人は、これら化学反応層の膜厚及び表面粗さ  $R_a$  の異なる種々の試験供試品について高速4球試験機を使用し、日本工業規格 (JIS) に基づく4球ボール試験を行って焼き付きが生じるまでの時間  $T$  (以下「耐久時間」という) を測定した。

【0036】試験条件は以下の通りである。

【0037】

を作成し、また、比較例として、図3に示すように、種々の表面粗さを有する研磨加工品3の表面上に膜厚  $t'$  が0.5  $\mu m$  のリン酸亜鉛からなる結晶質層4を作成し、これら両者の処理前後の表面粗さ比  $a$  (=処理後の表面粗さ/処理前の表面粗さ) と耐久時間  $T$  との関係を調べた。

【0044】図4は処理前後の表面粗さ比  $a$  と耐久時間  $T$  との関係を示す特性図である。

【0045】この図4から明らかなように、非晶質の化合物反応層2が形成された本実施例の転・摺動部材は、実線に示すように、焼付きに対する耐久時間  $T$  が500sec以上となって優れた耐焼付き性、耐かじり性を有するのに対し、結晶質層4が形成された比較例の転・摺動部材は、破線に示すように、前記耐久時間が500sec以下となって耐久性に劣ることが判る。すなわち、本実施例は、研磨加工品1の表面部分において金属成分とP等が反応し、これにより非晶質の化合物反応層2を形成しているので、表面粗さ  $R_a$  は下地である研磨加工品にほぼ準じた粗さとなり、処理前後の表面粗さ比  $a$  が1~1.0とその変化が比較的少なく、良好な耐久特性を得ることができる。一方、比較例は、研磨加工品2の表面上に結晶質層4が形成されているため、処理前後で表面粗さ  $R_a$  の変化が大きく、処理前後の表面粗さ比  $a$  で1.0以上となり、表面粗さ  $R_a$  が粗くなるのに伴い、耐久時間も低下することが判る。

(5)

特開平11-22732

7

8

## 【0046】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明に係る転・摺動部材は、V、Nb、Ta、N、P、As、Sb、Bi、Cr、Mo、W、S、Se、Te、及びPoから選択された少なくとも一種の元素と所定金属成分とが化学反応してなる化合物反応層を表面に形成し、前記化合物反応層が非晶質であって、かつ該化合物反応層の膜厚が0.2～2.5  $\mu\text{m}$ に設定されているので、金属素地の表面粗さを悪化させることもなく、良好な耐焼付き性、耐かじり性、耐剥離性を有する転・摺動部材を得ることができる。

## \* 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る転・摺動部材の一実施例を示す要部断面図である。

【図2】表面粗さRaと化合物反応層の膜厚tとの関係を示す特性図である。

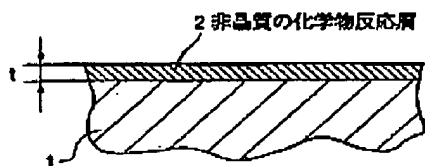
【図3】比較例としての転・摺動部材の要部断面図である。

【図4】処理前後の表面粗さ比aと耐久時間Tとの関係を示す特性図である。

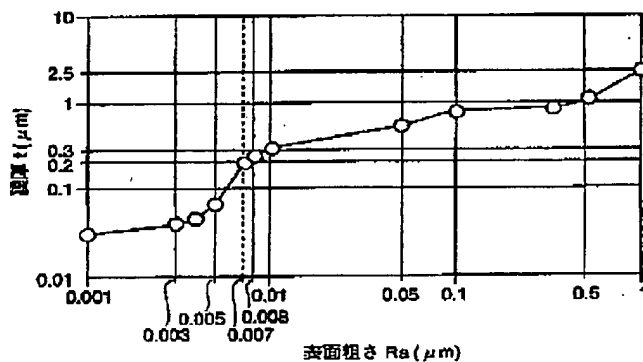
## 【符号の説明】

2 非晶質の化合物反応層

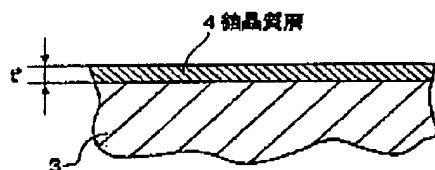
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】

